

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



УТВЕРЖДАЮ

И.о. Директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «15» марта 2018 г.

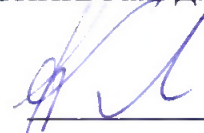
Государственная система обеспечения единства измерений

Фурье-спектрометры инфракрасные
Cary 600 Series FTIR Spectrometer (модели 660 FTIR, 670
FTIR, 680 FTIR) и Cary 630 FTIR

Методика поверки

МП-242-2189-2018

Заместитель руководителя отдела
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"


А.В. Колобова

Старший научный сотрудник
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"


М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика распространяется на фурье-спектрометры инфракрасные Cary 600 Series FTIR Spectrometer (модели 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR) и Cary 630 FTIR (далее по тексту – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной (при вводе в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций поверки	
			первичная	периодическая
1.	Внешний осмотр и опробование	7.1	да	да
2.	Проверка соответствия ПО	7.2	да	да
3.	Определение метрологических характеристик - Определение отношения сигнал/шум - Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел	7.3	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие рабочие эталоны, средства измерений и вспомогательное оборудование:

- рабочий эталон 2-го разряда единицы длины волны в диапазоне от 3,2 до 18,5 мкм (в диапазоне волновых чисел не менее от 3100 до 540 см⁻¹) по ГОСТ Р 8.763-2011;

-термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С);

-барометр-анероид М-110 или аналогичный.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные рабочие эталоны, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее - РЭ) и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- 4.1. Температура окружающего воздуха от плюс 18 до плюс 25°C.
- 4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°C) не более 80%.
- 4.3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа.
- 4.4. Напряжение питания 220^{+22}_{-33} В.
- 4.5. Частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовка спектрометра к поверке должна быть проведена в соответствии с руководством по эксплуатации на него.

5.2 Перед проведением поверки в модель Cary 630 FTIR должен быть установлен блок («интерфейс») Transmission для измерения коэффициента пропускания.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1. Внешний осмотр и опробование

7.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

7.1.2 Опробование

Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

7.2. Проверка соответствия ПО

7.2.1. Проверка соответствия ПО Resolutions Pro (модели 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR)

7.2.1.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на вкладке **Help**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **About Resolutions**, в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.



Рисунок 1. Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.2.1, если номер версии ПО 5.2 и выше.

7.2.2 Проверка соответствия ПО MicroLab (Cary 630 FTIR)

7.2.2.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы щелкнуть мышью на вкладку внизу экрана с надписью **Advanced Features**, в открывшемся окне выбрать строку с надписью **System Diagnostics** и щелкнуть по ней мышью в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 2.

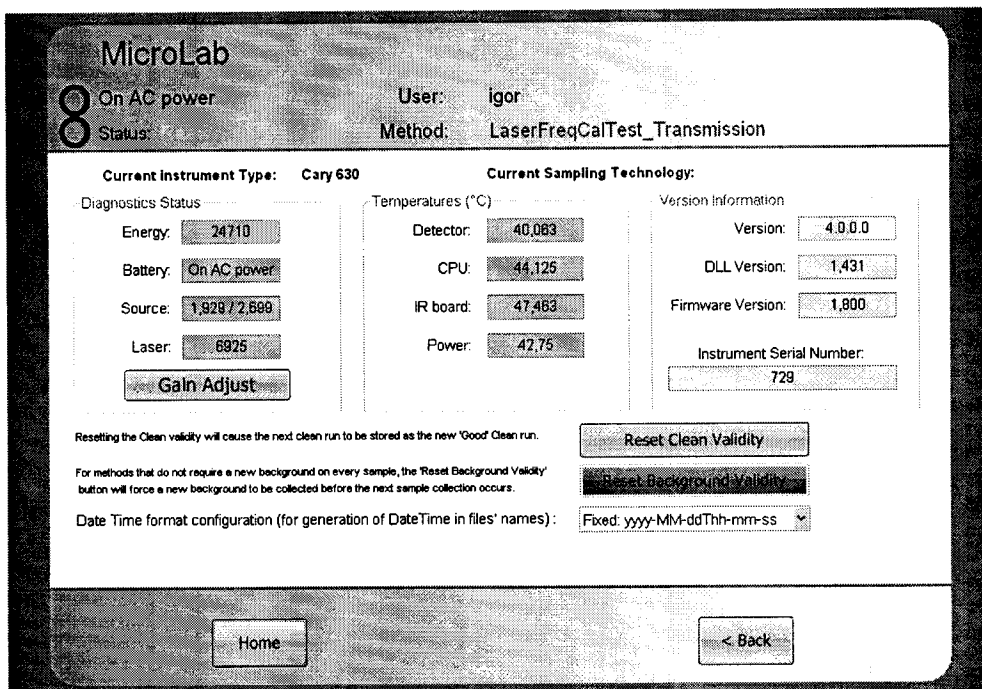


Рисунок 2. Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.2.2, если номер версии ПО 3.5 и выше.

7.3. Определение метрологических характеристик

7.3.1. Определение отношения сигнал/шум

7.3.1.1. Для определения отношения сигнал/шум спектрометров моделей 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR используется установленное программное обеспечение **Resolutions Pro**.

Перед проведением определения следует убедиться, что кюветное отделение прибора пустое (производится регистрация линии 100 % пропускания).

Для проведения определения необходимо запустить программное обеспечение.

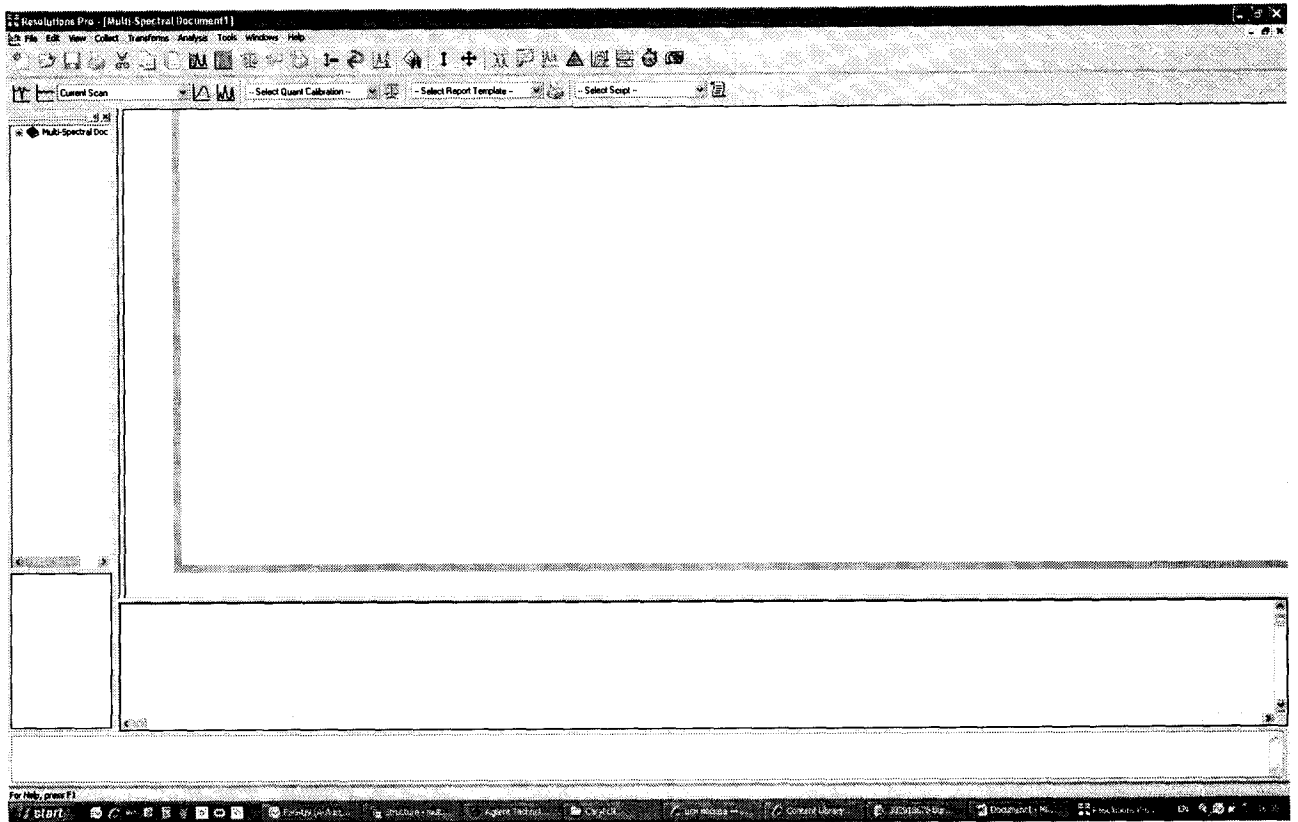


Рисунок 3.

Закрывает текущий рабочий лист нажатием иконки «Серый Крестик» в правом верхнем углу. Цвет фона экрана изменится на серый.

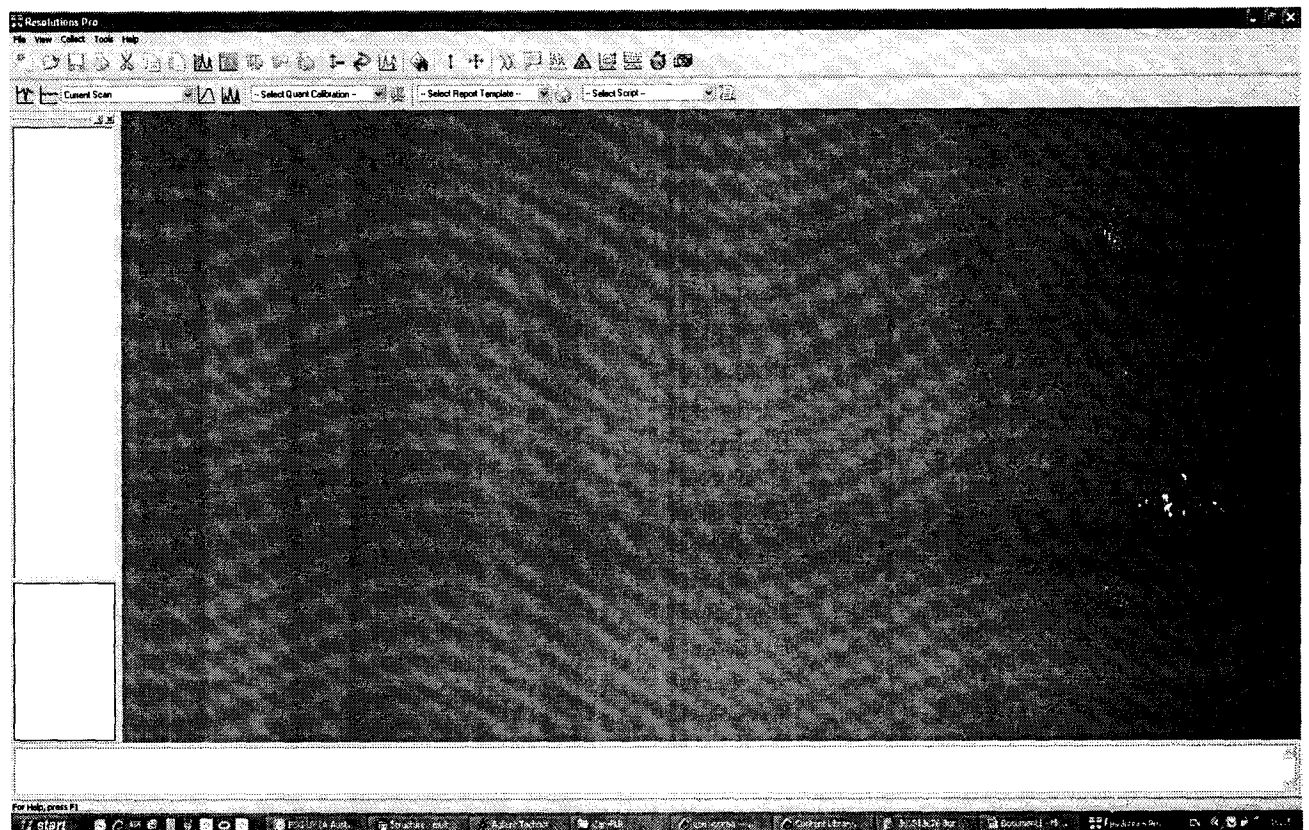


Рисунок 4.

Открыть меню **Collect** в верхней панели управления. Выбрать пункт **Performance Tests...**

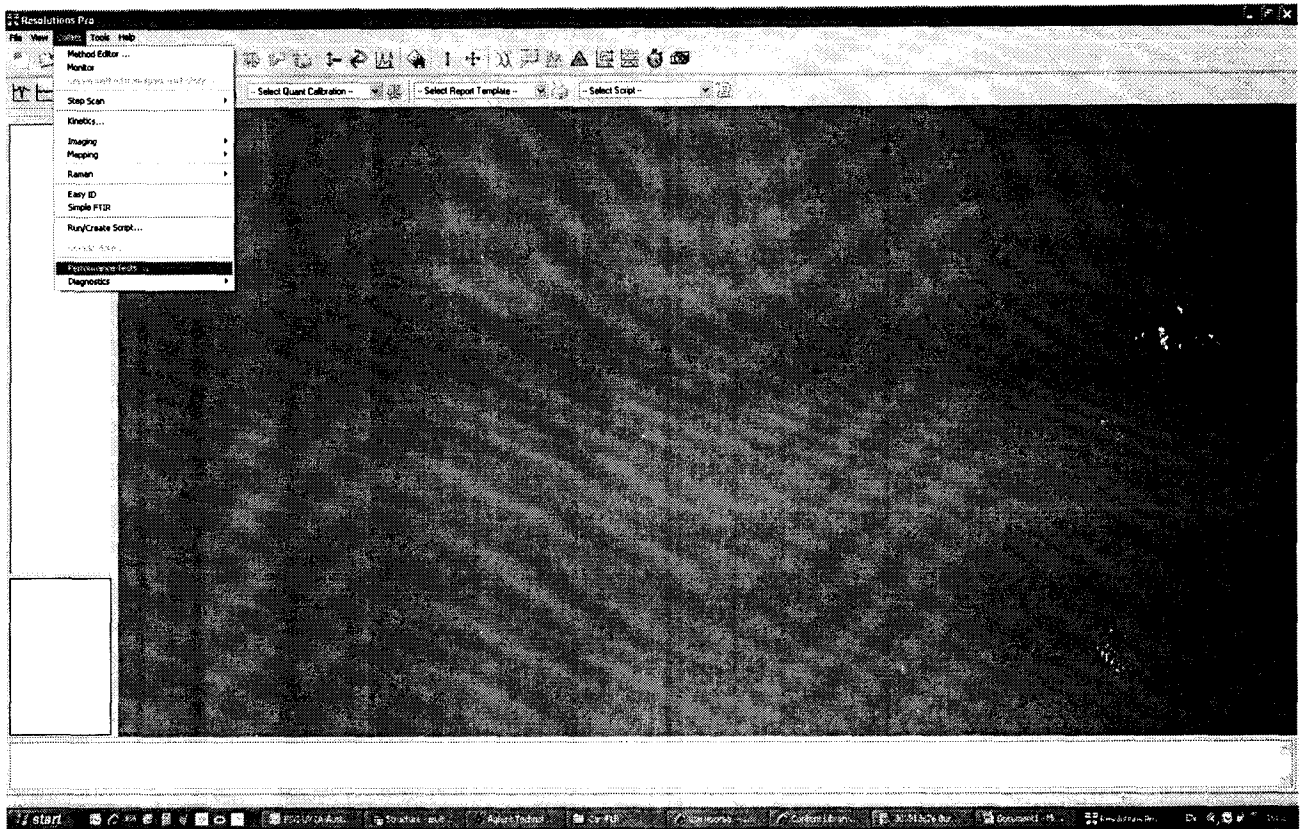


Рисунок 5.

В открывшемся окне активировать (поставить галочку) строку **Energy and Signal-to-noise - 5 sec** - 5 sec.

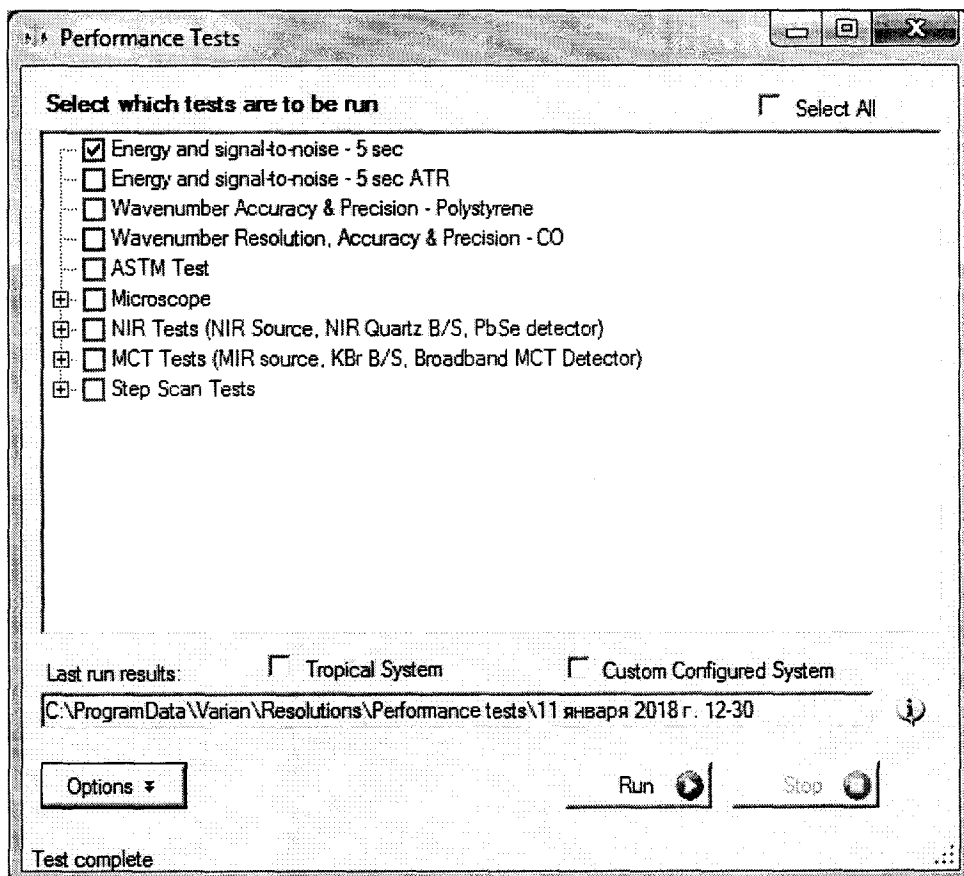


Рисунок 6.

Нажать **Run**.

После этой команды прибор автоматически начнет сбор данных. В результате автоматически будет создан отчет.

В отчете необходимо найти информацию о результатах определения отношения сигнал/шум.

Пример:

Tests	Average	Specification	Pass / Fail
5 sec S:N (p-p)	19002	> 10000	Pass

В графе **Average** можно видеть полученные данные.

В графе **Specification** – допустимое значение

В последней графе – вывод о прохождении проверки (проверка прошла – **Pass**).

Величина определенного отношения сигнал/шум не должна быть менее 10 000 для 660 FTIR и не менее 12000 для 670 FTIR и 680 FTIR.

7.3.1.2. Для определения сигнал/шум спектрометра модели Cary 630 FTIR используется программное обеспечение MicroLab и стандартный интерфейс для проб Transmission.

Для выполнения определения выполните следующие команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,

- затем выберете раздел **System Check**.

- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Performance (Signal-to-noise)**

- установите в окне количество тестов 1 (**Number of test**).

- запустите тест на выполнение (**Next**).

По окончании теста в отчете необходимо найти информацию о результатах теста Сигнал/Шум –SNR.

Величина SNR (1142-1042 см⁻¹) не должна быть менее **18 000**

7.3.2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел.

7.3.2.1. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел моделей 660 FTIR, 670 FTIR, 680 FTIR.

Определение проводят с использованием государственных рабочих эталонов 2-го разряда единицы длины волны (волнового числа) в границах спектрального диапазона фурье-спектрометра на длинах волн (волновых числах), указанных в свидетельстве об аттестации рабочего эталона. Для определения используют линии рабочего эталона, погрешность (расширенная неопределенность) положения которых по шкале волновых чисел не более ±0,5 см⁻¹.

В меню пункт **Performance Tests** активировать (поставить галочку) строку **Wavenumber Accuracy & Precision – Polystyrene** (убрав предварительно остальные выделения), раскрыть меню **Options** и дезактивировать использование внутреннего образца полистирола (снять галочку на строке **Use internal polystyrene standard**).

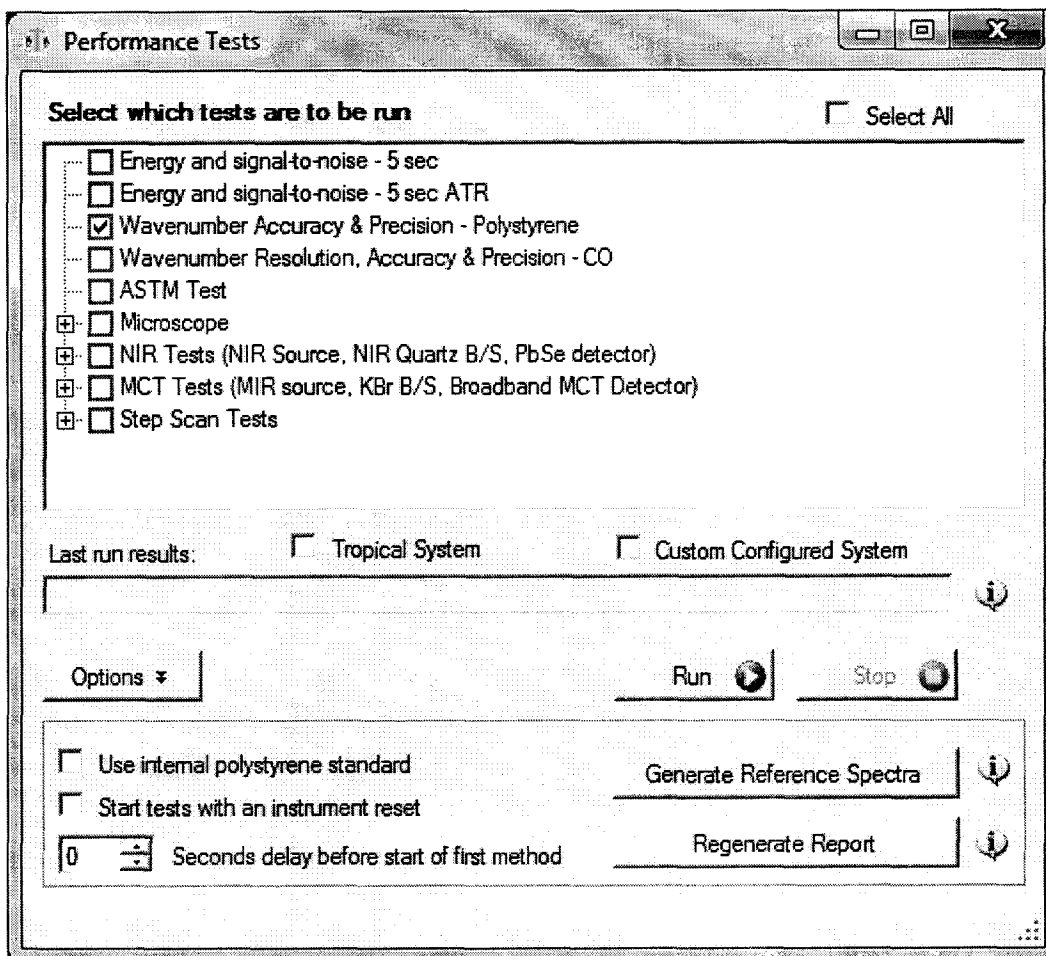


Рисунок 7.

7.3.2.1.1. Записать спектр пропускания рабочего эталона. Для этого нажать **Run**.

После этой команды прибор автоматически начнет сбор данных. В результате автоматически будет создан отчет.

7.3.2.1.2. Для каждого спектра найти разность между измеренными и действительными значениями волновых чисел минимумов линий пропускания по формуле:

$$\Delta k = k_j - k_{ja} \quad (1)$$

где: k_j - измеренное значение волнового числа минимума j -ой линии пропускания;
 k_{ja} — действительное значение волнового числа минимума j -ой линии пропускания, указанное в свидетельстве об аттестации рабочего эталона.

7.3.2.1.3. За абсолютную погрешность шкалы волновых чисел принимают максимальное значение из вычисленных в п. 7.3.2.1.2. настоящей методики:

Прибор считается прошедшим поверку по п. 7.3.2.1, если определенное значение абсолютной погрешности градуировки шкалы волновых чисел не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$.

7.3.2.2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел модели Cary 630 FTIR.

7.3.2.2.1. Установить в кюветное отделение государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы длины волны (волнового числа).

7.3.2.2.2. Выполнить команды:

- в главном рабочем окне выберите опцию **Advanced Features**,
- затем выберете раздел **System Check**.
- в открывшемся окне поставьте галочку напротив теста **Laser frequency calibration test**
- запустите тест на выполнение (**Next**).

7.3.2.2.3. После прохождения теста на экране появляется таблица с результатом измерения.

7.3.2.2.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.7.3.2.2, если значение погрешности не превышает $\pm 1,0 \text{ см}^{-1}$.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. По результатам поверки оформляется протокол, рекомендуемая форма которого указана в Приложении 1.

8.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

8.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке".

8.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ (рекомендуемое)
Фурье-спектрометр _____
ЗАВ.№ _____

Принадлежит _____ **ИНН** _____

Поверка проведена по :
 Методике поверки _____

Средства поверки _____

Условия поверки _____
 Температура окружающего воздуха, °С _____
 Относительная влажность окружающего воздуха _____
 Атмосферное давление, кПа _____

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

1. Определение отношения сигнал/шум

Результат определения предела отношения сигнал/шум	Допускаемое значение отношения сигнал/шум, не менее

2. Определение абсолютной погрешности шкалы волновых чисел

Действительное значение волнового числа, см ⁻¹	Измеренное значение волнового числа k ₁ , см ⁻¹	Абсолютная погрешность, см ⁻¹